



PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Docket No: Q78309

Yutaka TOSAKI, et al.

Appln. No.: 10/701,496

Group Art Unit: 1775

Confirmation No.: 7626

Examiner: Not Yet Assigned

Filed: November 6, 2003

For: PRESSURE-SENSITIVE ADHESIVE TAPE OR SHEET

SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Submitted herewith is one (1) certified copy of the priority document on which a claim to priority was made under 35 U.S.C. § 119. The Examiner is respectfully requested to acknowledge receipt of said priority document.

Respectfully submitted,

SUGHRUE MION, PLLC  
Telephone: (202) 293-7060  
Facsimile: (202) 293-7860

WASHINGTON OFFICE

23373

CUSTOMER NUMBER

*Mark Boland* REG. NO.  
47,125  
for Mark Boland  
Registration No. 32,197

Enclosures: Japan 2002-324967

Date: March 3, 2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

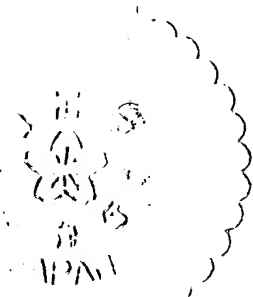
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 2 年 1 1 月    8 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 2 - 3 2 4 9 6 7  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 2 - 3 2 4 9 6 7 ]

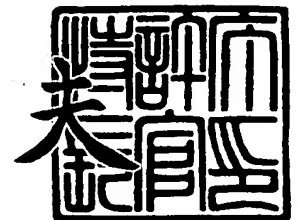
出      願      人            日 東 電 工 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):



2 0 0 3 年 1 1 月 1 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康



【書類名】 特許願

【整理番号】 P02ND063

【提出日】 平成14年11月 8日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09J 7/02

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府茨木市穂積一丁目一番2号 日東電工株式会社内

    【氏名】 戸崎 裕

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府茨木市穂積一丁目一番2号 日東電工株式会社内

    【氏名】 長津 秀樹

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府茨木市穂積一丁目一番2号 日東電工株式会社内

    【氏名】 河野 真一

【特許出願人】

    【識別番号】 000003964

    【氏名又は名称】 日東電工株式会社

    【代表者】 竹本 正道

【代理人】

    【識別番号】 100101362

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 後藤 幸久

    【電話番号】 06-6242-0320

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 053718

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9802369

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粘着テープ又はシート

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基材の少なくとも片面に粘着剤層を有する粘着テープ又はシートであって、前記粘着剤層全体が、（メタ）アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノマー主成分とするアクリル系重合体（A）をベースポリマーとして含有する水分散型粘着剤組成物により形成され、且つ、粘着剤層の外面から内部に 3 n m の範囲の粘着剤層表面部において、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）を 0 . 1 ～ 3 重量部の割合で含有し、且つ前記粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分 1 0 0 重量部に対して、ポリアルキレングリコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール及びポリ（メタ）アクリル酸から選択された少なくとも一種の親水性ポリマー（C）を 0 . 5 ～ 1 5 重量部の割合で含有していることを特徴とする粘着テープ又はシート。

【請求項 2】 硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）が、アルキル硫酸塩型アニオン系乳化剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩型アニオン系乳化剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩型アニオン系乳化剤、スルホン酸塩型アニオン系乳化剤、およびスルホコハク酸型アニオン系乳化剤から選択された少なくとも一種の硫黄原子含有アニオン系乳化剤である請求項 1 記載の粘着テープ又はシート。

【請求項 3】 粘着剤層全体における硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）の割合が、粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0 . 5 ～ 5 重量部である請求項 1 又は 2 記載の粘着テープ又はシート。

【請求項 4】 粘着剤層の外面から内部に 3 n m の範囲の粘着剤層表面部における E S C A 測定法による硫黄元素比率が 1 a t o m i c % 未満である請求項 1 ～ 3 の何れかの項に記載の粘着テープ又はシート。

【請求項 5】 基材のいずれか片面の粘着剤層が多層構造を有しており、最

外面側の粘着剤層が、1～5  $\mu\text{m}$ の厚さを有し、且つ硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）の割合が、該最外面側の粘着剤層を形成しているアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して0.1～3重量部であり、さらに、多層構造の粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）を0.5～5重量部の割合で含有し、且つ前記粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分100重量部に対して、親水性ポリマー（C）を0.5～15重量部の割合で含有している請求項1～4の何れかの項に記載の粘着テープ又はシート。

【請求項6】 粘着剤層が、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）をアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して3～5重量部含有する水分散型粘着剤組成物により形成されており、粘着剤層の外面から内部に3 nmの範囲の粘着剤層表面部において、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）が、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して0.1～3重量部の割合で含まれている請求項1～5の何れかの項に記載の粘着テープ又はシート。

【請求項7】 基材が、多孔性基材である請求項1～6の何れかの項に記載の粘着テープ又はシート。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、粘着テープ又はシートに関する。

##### 【0002】

#### 【従来の技術】

粘着剤は、マスキングテープ、両面テープ、表面保護フィルム、包装用テープなどで広く用いられている。従来、粘着剤としては、環境対策、省資源、安全性などの観点から有機溶剤を使用しない水分散型粘着剤の開発が進んでおり、該水分散型粘着剤の使用量も増える傾向にある。このような水分散型粘着剤の中でもゴム系の水分散型粘着剤は、被着体の選択性が少なく、低温での接着性にも優れ

ていることなどから、現在最も多くの分野で使用されている。また、アクリル系の水分散型粘着剤は、その優れた接着特性、耐候性などの点から、従来のゴム系の水分散型粘着剤の代わりに広く普及してきている（特許文献 1 ～特許文献 7 参照）。

#### 【 0 0 0 3 】

一方、例えば、マスキングテープは、塗装やシーリングなどの際に被着体をマスクするものであるが、梅雨時や、冬場の低温での作業時に被着体の表面が結露していると、貼り合わせ時に十分な接着力が得られず、ずれたり、剥がれたりすることがあり、作業性の低下を招いていた。また、両面テープなどでも、同様に結露面に対する作業があり、問題となっていた。

#### 【 0 0 0 4 】

また、結露面に対して良好な接着性を示すものとして、水溶性ポリマーを主成分とする粘着テープも開示されている（特許文献 8 参照）。しかしながら、このような従来の粘着テープでは、剥離時に吸水膨潤により溶出した低分子量成分による汚染や、凝集力不足による糊残りなどが起こり、満足な結果が得られていなかった。

#### 【 0 0 0 5 】

しかも、粘着テープを貼り付けた後、養生期間中に、粘着テープの端末が剥がれたり、風で剥がれたりすることもあり、問題となっていた。

#### 【 0 0 0 6 】

##### 【特許文献 1】

特開昭 6 2 - 2 2 1 5 3 1 号公報

##### 【特許文献 2】

特開昭 6 3 - 3 1 7 5 7 5 号公報

##### 【特許文献 3】

特開平 5 - 3 9 4 6 8 号公報

##### 【特許文献 4】

特開平 8 - 1 0 4 8 5 3 号公報

##### 【特許文献 5】

特開平 8-157783 号公報

【特許文献 6】

特開平 10-292162 号公報

【特許文献 7】

特開 2000-239633 号公報

【特許文献 8】

特開平 8-120251 号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の目的は、結露面や湿潤面に対する良好な初期粘着力を発現でき、しかも、定荷重下での剥離防止性が良好な粘着テープ又はシートを提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記の目的を達成するため鋭意検討した結果、粘着テープ又はシートとして、特定の乳化剤、および特定の親水性ポリマーをそれぞれ特定量で含有し且つ特定のアクリル系粘着剤を用いた水分散型粘着剤組成物により粘着剤層を形成し、さらに、粘着剤層表面における前記特定の乳化剤の割合を規定したものをを用いると、結露面や湿潤面に対する初期粘着力が向上し、さらに定荷重下での剥離防止性（定荷重剥離防止性）を向上させることができることを見出した。本発明はこれらの知見に基づいて完成されたものである。

【0009】

すなわち、本発明は、基材の少なくとも片面に粘着剤層を有する粘着テープ又はシートであって、前記粘着剤層全体が、（メタ）アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノマー主成分とするアクリル系重合体（A）をベースポリマーとして含有する水分散型粘着剤組成物により形成され、且つ、粘着剤層の外面から内部に 3 nm の範囲の粘着剤層表面部において、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）を 0.1～3 重量部の割合で含有し、且つ



前記粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分 100 重量部に対して、ポリアルキレングリコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール及びポリ（メタ）アクリル酸から選択された少なくとも一種の親水性ポリマー（C）を 0.5～15 重量部の割合で含有していることを特徴とする粘着テープ又はシートを提供する。

#### 【0010】

前記硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）としては、アルキル硫酸塩型アニオン系乳化剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩型アニオン系乳化剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩型アニオン系乳化剤、スルホン酸塩型アニオン系乳化剤、およびスルホコハク酸型アニオン系乳化剤から選択された少なくとも一種の硫黄原子含有アニオン系乳化剤が好ましい。

#### 【0011】

粘着剤層全体における硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）の割合としては、粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 0.5～5 重量部であることが好ましく、また、粘着剤層の外表面から内部に 3 nm の範囲の粘着剤層表面部における ESCA 測定法による硫黄元素比率が 1 atomic % 未満であることが好ましい。

#### 【0012】

また、基材のいずれか片面の粘着剤層が多層構造を有しており、最外面側の粘着剤層が、1～5  $\mu$ m の厚さを有し、且つ硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）の割合が、該最外面側の粘着剤層を形成しているアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 0.1～3 重量部であり、さらに、多層構造の粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）を 0.5～5 重量部の割合で含有し、且つ前記粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分 100 重量部に対して、親水性ポリマー（C）を 0.5～15 重量部の割合で含有している構成であってもよく、さらにまた、粘着剤層が、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤（B）をアクリル系重合

体 (A) を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 3 ～ 5 重量部含有する水分散型粘着剤組成物により形成されており、粘着剤層の外面から内部に 3 nm の範囲の粘着剤層表面部において、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤 (B) が、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 0.1 ～ 3 重量部の割合で含まれている構成であってもよい。

#### 【0013】

前記基材としては、多孔性基材を好適に用いることができる。

#### 【0014】

#### 【発明の実施の形態】

##### [粘着テープ又はシート]

本発明の粘着テープ又はシートは、基材の少なくとも片面に粘着剤層を有しており、前記粘着剤層全体が、(メタ)アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノマー主成分とするアクリル系重合体 (A) をベースポリマーとして含有する水分散型粘着剤組成物により形成され、且つ、粘着剤層の外面から内部に 3 nm の範囲の粘着剤層表面部において、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤 (B) (「硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B)」と称する場合がある) を 0.1 ～ 3 重量部の割合で含有し、且つ前記粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分 100 重量部に対して、ポリアルキレングリコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール及びポリ(メタ)アクリル酸から選択された少なくとも一種の親水性ポリマー (C) を 0.5 ～ 15 重量部の割合で含有している。具体的には、粘着剤層の表面部(粘着剤層の外面から内部に 3 nm の範囲)において、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合としては、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 0.1 ～ 3 重量部であれば特に制限されないが、好ましくは 0.1 ～ 2.5 重量部(さらに好ましくは 0.5 ～ 2 重量部)である。粘着剤層表面部における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合が、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマ

一成分 1 0 0 重量部に対して 3 重量部を超えると、結露面や湿潤面に対する粘着力の向上効果が低下し、また、定荷重下での剥離防止性が低下する。一方、前記硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合が、0. 1 重量部未満であると、結露面や湿潤面に対する粘着力の向上効果が低下する。

#### 【0 0 1 5】

また、本発明では、粘着剤層全体における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合が、粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 5 ~ 5 重量部 (好ましくは 1 ~ 3 重量部) であることが重要である。硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の使用量が、粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 5 重量部より少ないと、アクリル系重合体 (A) を調製する際の重合安定性が低下し、また、水分散型粘着剤組成物の機械的安定性 (粘着剤層を形成する際の塗工時の機械的安定性) が低下し、一方、5 重量部を超えると、粘着剤層の耐水性が低下する。

#### 【0 0 1 6】

さらに、親水性ポリマー (C) は、前記粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分 (又は固形分) 1 0 0 重量部に対して 0. 5 ~ 1 5 重量部 (好ましくは 1 ~ 1 3 重量部、さらに好ましくは 1. 5 ~ 1 0 重量部) の割合で用いられている。親水性ポリマー (C) の含有割合が、粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物中の非揮発分 1 0 0 重量部に対して 0. 5 重量部より少ないと、結露面や湿潤面に対する粘着力の向上効果が低下し、一方、1 5 重量部より多いと、粘着剤の粘度が上昇し、塗工性に影響を及ぼす場合がある。

#### 【0 0 1 7】

さらにまた、粘着剤層の表面部における E S C A 測定法による硫黄元素比率は、1 a t o m i c % 未満 (好ましくは 0. 1 ~ 0. 8 a t o m i c %) であることが望ましい。粘着剤層表面部における E S C A 測定法による硫黄元素比率が、1 a t o m i c % 以上であると、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合が多い場合と同様に、結露面や湿潤面に対する粘着力の向上効果が低下し、また、定荷重下での剥離防止性が低下する。

## 【0 0 1 8】

なお、前記粘着剤層表面部としては、通常、粘着剤層の外表面（表面）から内部に 3 nm の範囲を粘着剤層表面部とすることができる。これは、測定方法によって異なるが、例えば、下記に示す ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) 測定法により粘着剤の表面部を測定する場合、通常、表面から約 3 nm 程度の深さまでの情報が得られるためである。

## 【0 0 1 9】

粘着剤層表面部における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合や、硫黄元素比率は、ESCA 法により測定することができる。該 ESCA 測定法による測定に際しては、例えば、アルバックファイ社製の ESCA 装置（装置名「model 5400」）を用いることができる。このように、アルバックファイ社製の ESCA 装置（装置名「model 5400」）を用いる場合、光線源（X 線源）：MgK $\alpha$  [300W (15kV)]、光電子取出し角：45°、分析面積：1.1mm $\phi$  の条件でワイドスキャン測定を行い、さらに、検出された元素についてナロースキャン測定を行うことにより、粘着剤層表面部における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合や、硫黄元素比率を求めることができる。

## 【0 0 2 0】

なお、基材の表面が剥離面となっており、該剥離面上に粘着剤層が形成されている場合、粘着テープ又はシートは、基材レス両面粘着テープ又はシートとして利用することができる。また、基材が剥離面を有していない場合、粘着テープ又はシートは、基材を有する粘着テープ又はシート（粘着剤層は基材の片面のみに形成されていてもよく、両面に形成されていてもよい）として利用することができる。

## 【0 0 2 1】

本発明では、前記粘着剤層の表面部における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合を、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 0.1～3 重量部とするためには

、例えば、

(1) 粘着剤層を形成する水分散型粘着剤組成物として、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合が、ベースポリマーとしてのアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 3 重量部である水分散型粘着剤組成物を用いる方法、

(2) 硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合が、ベースポリマーとしてのアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 3 重量部を超えている (例えば、3 重量部を超え且つ 5 重量部以下) 水分散型粘着剤組成物を用いていても、粘着剤層表面部では、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合が、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 3 重量部となるように粘着剤層を形成する方法、

(3) 粘着剤層を多層構造 (2 層構造など) とし、最外面側の粘着剤層を形成するための水分散型粘着剤組成物として、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合が、ベースポリマーとしてのアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 3 重量部である水分散型粘着剤組成物を用いる方法、

などが挙げられる。

#### 【 0 0 2 2 】

前記 (1) の方法では、基材のいずれか片面の粘着剤層は、水分散型粘着剤組成物による単層構造の粘着剤層であり、該粘着剤層が、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合が、ベースポリマーとしてのアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 3 重量部である水分散型粘着剤組成物を用いて形成されているので、該粘着剤層表面部における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の含有割合を、前記粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 3 重量部とすることができる。もちろん、この場合は、粘着剤層全体における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) の割合も、粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係るアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対し

て 0. 1 ～ 3 重量部となる。

#### 【 0 0 2 3 】

前記 ( 2 ) の方法では、基材のいずれか片面の粘着剤層は、水分散型粘着剤組成物による単層構造の粘着剤層であり、該粘着剤層中の硫黄原子含有アニオン系乳化剤 ( B ) の濃度に傾斜を設け、表面から内部に向かって、前記濃度が増加するように形成することにより、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 ( B ) を粘着剤層を形成しているアクリル系重合体 ( A ) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 3 重量部を超える割合 ( 例えば、3 重量部を超え且つ 5 重量部以下の割合 ) で含有する水分散型粘着剤組成物が用いられていても、粘着剤層表面部における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 ( B ) の含有割合を、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体 ( A ) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ～ 3 重量部とすることができる。もちろん、この場合は、粘着剤層全体における硫黄原子含有アニオン系乳化剤 ( B ) の割合は、用いた水分散型粘着剤組成物に対応している。

#### 【 0 0 2 4 】

このような ( 1 ) や ( 2 ) の方法では、その非揮発分 ( 又は固形分 ) 1 0 0 重量部に対して 0. 5 ～ 1 5 重量部の割合で親水性ポリマー ( C ) を含有している水分散型粘着剤組成物を用いることが重要である。

#### 【 0 0 2 5 】

なお、前記 ( 1 ) や ( 2 ) の方法では、両面粘着テープ又はシートの場合は、他方の面の粘着剤層の層構造は特に制限されず、( 1 ) や ( 2 ) の方法により形成された粘着剤層であってもよく、( 3 ) の方法により形成された粘着剤層であってもよい。あるいは、他の粘着剤組成物を用いて形成されていてもよい。

#### 【 0 0 2 6 】

前記 ( 3 ) の方法では、基材のいずれか片面の粘着剤層が多層構造の粘着剤層であり、該多層構造の粘着剤層において、最外面側の粘着剤層が、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 ( B ) の割合が、ベースポリマーとしてのアクリル系重合体 ( A ) を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ～ 3 重量部である水分散型粘着剤組成物を用いて形成されているので、多層構造の粘着剤層の表面部

における硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の含有割合を、最外面側の粘着剤層を形成しているアクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ～ 3 重量部とすることができる。

#### 【 0 0 2 7 】

該多層構造の粘着剤層を有する場合、多層構造の粘着剤層全体に係る水分散型粘着剤組成物中の非揮発分（又は固形分） 1 0 0 重量部に対して、親水性ポリマー（C）の割合は、0. 5 ～ 1 5 重量部であることが重要である。また、前記多層構造の粘着剤層全体の水分散型粘着剤組成物に係る全アクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の割合は、特に制限されないが、例えば、0. 5 ～ 5 重量部とすることが好ましい。そのため、最外面側の粘着剤層以外の粘着剤層を形成するための水分散型粘着剤組成物としては、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の割合が、アクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分 1 0 0 重量部に対して 0. 5 ～ 5 重量部である水分散型粘着剤組成物を用いることが好ましく、従って、前記割合が 3 重量部を超えている（例えば、3 重量部を超え且つ 5 重量部以下である）水分散型粘着剤組成物が用いられていてもよい。

#### 【 0 0 2 8 】

このような（3）の方法では、多層構造の粘着剤層全体における親水性ポリマー（C）が、前記粘着剤層全体における水分散型粘着剤組成物の非揮発分（又は固形分） 1 0 0 重量部に対して 0. 5 ～ 1 5 重量部の割合となるように、各層に係る水分散型粘着剤組成物を用いることが重要である。

#### 【 0 0 2 9 】

なお、前記（3）の方法では、両面粘着テープ又はシートの場合は、他方の面の粘着剤層の層構造は特に制限されず、（1）や（2）の方法により形成された粘着剤層であってもよく、（3）の方法により形成された粘着剤層であってもよい。あるいは、他の粘着剤組成物を用いて形成されていてもよい。

#### 【 0 0 3 0 】

##### [水分散型粘着剤組成物]

本発明では、粘着剤層は、（メタ）アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノ

マー主成分とするアクリル系重合体 (A) をベースポリマーとして含有する水分分散型粘着剤組成物により形成されている。該水分分散型粘着剤組成物は、ベースポリマーとしてアクリル系重合体 (A) を含有するアクリル系粘着剤から構成され、さらに、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) および親水性ポリマー (C) をそれぞれ特定の割合で含有していることが重要である。

### 【0031】

(アクリル系重合体 (A))

前記アクリル系重合体 (A) は、(メタ) アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノマー主成分 (単量体主成分) として含有し、必要に応じて共重合性モノマー (共重合性単量体) を共重合成分として含有している。アクリル系重合体 (A) は単独で又は2種以上組み合わせて使用することができる。

### 【0032】

前記 (メタ) アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルとしては、例えば、(メタ) アクリル酸 n-ブチル、(メタ) アクリル酸 イソブチル、(メタ) アクリル酸 sec-ブチル、(メタ) アクリル酸 t-ブチル、(メタ) アクリル酸 ペンチル、(メタ) アクリル酸 イソペンチル、(メタ) アクリル酸 ネオペンチル、(メタ) アクリル酸 ヘキシル、(メタ) アクリル酸 ヘプチル、(メタ) アクリル酸 オクチル、(メタ) アクリル酸 イソオクチル、(メタ) アクリル酸 2-エチルヘキシル、(メタ) アクリル酸 ノニル、(メタ) アクリル酸 イソノニル、(メタ) アクリル酸 デシル、(メタ) アクリル酸 イソデシル、(メタ) アクリル酸 ウンデシル、(メタ) アクリル酸 ドデシル等が挙げられる。(メタ) アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルは単独で又は2種以上組み合わせて使用することができる。

### 【0033】

(メタ) アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルは、アクリル系重合体におけるモノマー主成分として含有されている。そのため、(メタ) アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルとしては、アクリル系重合体におけるモノマー成分全量に対して50重量%以上の割合であることが重要であり、好ましくは60重量%以上、さらに好ましくは70重量%以上である。なお、(メタ) アクリル酸 C<sub>4-12</sub>アルキルエステルの含有割合の上限は、特に制限されず、例えば、アクリル系重合体にお



けるモノマー成分全量に対して100重量%（好ましくは99重量%、さらに好ましくは98重量%）であってもよい。従って、例えば、（メタ）アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルは、モノマー成分全量に対して50～98重量%の割合であってもよい。（メタ）アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルの含有割合がモノマー成分全量に対して50重量%未満であると、良好な剥離力および凝集力を発揮する粘着剤が得られない場合がある。

#### 【0034】

なお、本発明では、（メタ）アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルとしては、上記例示のものの中でも、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸イソノニル、アクリル酸ドデシル（アクリル酸ラウリル）、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸ドデシル（メタクリル酸ラウリル）が好ましい。

#### 【0035】

アクリル系重合体中に含有される共重合性モノマーとしては、（メタ）アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルの種類などに応じて適宜選択される。（メタ）アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルと共重合可能な共重合性モノマーとしては、例えば、（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸n-プロピル、（メタ）アクリル酸イソプロピルなどの（メタ）アクリル酸C<sub>1-3</sub>アルキルエステル；（メタ）アクリル酸トリデシル、（メタ）アクリル酸テトラデシル、（メタ）アクリル酸ペンタデシル、（メタ）アクリル酸ヘキサデシル、（メタ）アクリル酸ステアリルなどの（メタ）アクリル酸C<sub>13-18</sub>アルキルエステル；（メタ）アクリル酸シクロヘキシル、（メタ）アクリル酸ボルニル、（メタ）アクリル酸イソボルニルなどの（メタ）アクリル酸脂環式炭化水素エステル；（メタ）アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イソクロトン酸などのカルボキシル基含有モノマー又はその無水物；ビニルスルホン酸ナトリウムなどのスルホン酸基含有モノマー；スチレン、置換スチレンなどの芳香族ビニル化合物；アクリロニトリルなどのシアノ基含有モノマー；エチレン、ブタジエンなどのオレフィン類；酢酸ビニルなどのビニルエステル類；塩化ビニル；アクリルアミド、メタアクリルアミド、N-ビニルピロリドン、N,N-ジメチル（メタ）アクリルアミドなどのアミド基含有モノマー；（メタ）ア

クリル酸ヒドロキシアルキル、グリセリンジメタクリレートなどの水酸基含有モノマー；（メタ）アクリル酸アミノエチル、（メタ）アクリロイルモルホリンなどのアミノ基含有モノマー；シクロヘキシルマレイミド、イソプロピルマレイミドなどのイミド基含有モノマー；（メタ）アクリル酸グリシジル、（メタ）アクリル酸メチルグリシジルなどのエポキシ基含有モノマー；2-メタクリロイルオキシエチルイソシアネートなどのイソシアネート基含有モノマーなどが挙げられる。また、共重合性モノマーとしては、例えば、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、テトラエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、ジビニルベンゼンなどの多官能性の共重合性モノマー（多官能モノマー）が用いられていてもよい。共重合性モノマーは単独で又は2種以上組み合わせて使用することができる。

#### 【0036】

このような共重合性モノマーは、モノマー成分全量に対して50重量%未満の含有割合で用いられる。なお、共重合性モノマーの使用量の下限値は、特に制限されず、用いられていなくても（モノマー成分全量に対して0重量%であっても）よいが、モノマー成分全量に対して2重量%であることが望ましい。

#### 【0037】

アクリル系重合体（A）は、前記モノマーを公知乃至慣用の重合方法（特に、乳化重合方法）により調製することができる。また、一般的に、一括仕込み方法（一括重合方法）、モノマー滴下方法、モノマーエマルジョン滴下方法などを採用することができる。モノマーなどを滴下する場合は、連続的に滴下してもよく、分割して滴下してもよい。なお、重合温度は、重合開始剤の種類などに応じて適宜選択することができ、例えば、5～100℃の範囲から選択できる。

#### 【0038】

重合に用いる重合開始剤としては、例えば、2,2'-アゾビスイソブチロニ

トリル、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)ジヒドロクロライド、2, 2'-アゾビス[2-(5-メチル-2-イミダゾリン-2-イル)プロパン]ジヒドロクロライド、2, 2'-アゾビス(2-メチルプロピオンアミジン)二硫酸塩、2, 2'-アゾビス(N, N'-ジメチレンイソブチルアミジン)ジヒドロクロライドなどのアゾ系開始剤；過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウムなどの過硫酸塩；ベンゾイルパーオキサイド、t-ブチルヒドロパーオキサイド、過酸化水素などの過酸化物系開始剤；過硫酸塩と亜硫酸水素ナトリウムとの組み合わせ、過酸化物とアスコルビン酸ナトリウムとの組み合わせ等の過酸化物と還元剤とを組み合わせたレドックス系開始剤などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。なお、重合開始剤は、水溶性の開始剤であってもよく、油溶性の開始剤であってもよい。重合開始剤の使用量は、その種類やモノマーの種類などに応じて適宜選択できるが、一般には、モノマー成分100重量部に対して、例えば0.01～1重量部程度の範囲から選択することができる。

#### 【0039】

また、重合には連鎖移動剤を用いてもよい。連鎖移動剤を用いることによりアクリル系重合体(A)の分子量を調整することができる。連鎖移動剤としては、慣用の連鎖移動剤、例えば、ラウリルメルカプタン、グリシジルメルカプタン、メルカプト酢酸、2-メルカプトエタノール、チオグリコール酸、チオグリコール酸2-エチルヘキシル、2, 3-ジメチルカプト-1-プロパノールなどが例示できる。これらは単独で用いてもよく2種以上を併用してもよい。連鎖移動剤の使用量は、通常、モノマー成分100重量部に対して0.001～0.5重量部程度である。

#### 【0040】

アクリル系重合体(A)としては、(メタ)アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノマーの主成分としていれば、モノマーの組成やその使用量又は配合割合を適宜選択することができるが、良好な感圧接着性を発現させるためには、得られるポリマーのガラス転移点(T<sub>g</sub>)が通常-20℃以下となるように、組成及びその配合割合を決めるのが望ましい。

#### 【0041】

なお、アクリル系重合体 (A) の重量平均分子量は、20 万以上 (例えば、20 万～100 万)、好ましくは 25 万～90 万、さらに好ましくは 30 万～80 万程度であってもよい。

#### 【0042】

(硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B))

硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤 (B) (硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B)) としては、分子中に少なくとも 1 個の硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤であれば特に制限されない。また、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) 中に硫黄原子が含有されている形態も特に制限されない。硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) としては、例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸アンモニウム、ラウリル硫酸カリウム等のアルキル硫酸塩型アニオン系乳化剤；ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム等のポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩型アニオン系乳化剤；ポリオキシエチレンラウリルフェニルエーテル硫酸アンモニウム、ポリオキシエチレンラウリルフェニルエーテル硫酸ナトリウム等のポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩型アニオン系乳化剤；ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のスルホン酸塩型アニオン系乳化剤；スルホコハク酸ラウリル二ナトリウム、ポリオキシエチレンスルホコハク酸ラウリル二ナトリウム等のスルホコハク酸型アニオン系乳化剤などが挙げられる。硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) は単独で又は 2 種以上組み合わせて使用することができる。

#### 【0043】

硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) は、他のアニオン系乳化剤や、ノニオン系乳化剤 (例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーなど) などの他の乳化剤と併用することができる。また、硫黄原子含有アニオン系乳化剤 (B) や他の乳化剤に、プロペニル基等のラジカル反応性基が導入されたラジカル重合性の乳化剤を用いることもできる。このような他の乳化剤を併用する場合は、乳化剤の全量がアクリル系重合体 (A) を構成する全モノマー成分 100 重量部に対して 0.5～5

重量部となる割合であることが好ましい。

【0 0 4 4】

アクリル系重合体（A）は、通常、エマルション化された状態で用いられており、従って、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）は、アクリル系重合体（A）のエマルション化に際して用いることができる。この場合、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）は、アクリル系重合体（A）を重合により調製する際に用いてもよく、各種重合方法により予め調製されたアクリル系重合体（A）を水に分散させてエマルション化する際に用いてもよい。なお、アクリル系重合体（A）の重合時に、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）を用いることにより、乳化重合を行うことができる。

【0 0 4 5】

硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）は、アクリル系重合体（A）を重合する際に用いると、該重合の安定性を確保することができる。従って、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）はアクリル系重合体（A）を重合する際に用いることが好ましい。

【0 0 4 6】

（親水性ポリマー（C））

前記親水性ポリマー（C）としては、ポリアルキレングリコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール又はポリ（メタ）アクリル酸を用いることができる。親水性ポリマー（C）は単独で又は2種以上組み合わせて使用することができる。

【0 0 4 7】

親水性ポリマー（C）において、前記ポリアルキレングリコールとしては、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールなどのホモポリマーや、エチレングリコール-プロピレングリコール共重合体などのコポリマーが挙げられる。前記ポリビニルピロリドンとしては、ホモポリマーとしてのポリビニルピロリドンが好適であるが、ビニルピロリドンと他の共重合性モノマーとのコポリマーも親水性を有していれば用いることが可能である。前記ポリビニルアルコールとしては、公知乃至慣用のポリビニルアルコールを用いることができ、そ

のケン化度は親水性を有している限り特に制限されない。前記ポリ（メタ）アクリル酸としては、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸などのホモポリマーや、アクリル酸－メタクリル酸共重合体などのコポリマーを用いることができるが、これらの他に、アクリル酸及び／又はメタクリル酸と他の共重合性モノマーとのコポリマーも親水性を有している限り用いることが可能である。

#### 【0048】

親水性ポリマー（C）の重量平均分子量としては、特に制限されず、例えば、 $0.5 \times 10^3 \sim 5 \times 10^6$ （好ましくは $0.8 \times 10^3 \sim 3 \times 10^6$ 、さらに好ましくは $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^6$ ）程度の範囲から選択することができる。親水性ポリマー（C）の重量平均分子量が小さくなると結露面又は湿潤面に対する粘着力の向上効果が低下し、一方、大きくなると粘着剤の粘度が上昇し、塗工性に影響を及ぼすおそれが生じる場合がある。なお、親水性ポリマー（C）の重量平均分子量が、 $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^6$ であると、結露面や湿潤面に対する接着力の向上効果および塗工性のバランスが特に優れている。

#### 【0049】

親水性ポリマー（C）としては、その添加量や重量平均分子量、結露面や湿潤面に対する接着力の向上効果、塗工性などのバランスの観点から、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドンが特に好ましい。

#### 【0050】

なお、親水性ポリマー（C）は、粘着剤層中に含有されていれば何れの方法により含有されていてもよいが、水分散型粘着剤組成物中に含有させることにより粘着剤層中に含有されていることが好ましい。親水性ポリマー（C）は、例えば、アクリル系粘着剤のアクリル系重合体（A）の重合前に用いて水分散型粘着剤組成物中に含有させてもよいが、アクリル系重合体（A）の重合に悪影響を及ぼさないようにするために、アクリル系重合体（A）の重合後に、水溶液として添加することにより、水分散型粘着剤組成物中に含有させることが好ましい。

#### 【0051】

このように、水分散型粘着剤組成物は、アクリル系重合体（A）と、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）と、親水性ポリマー（C）とを含有している。水分

散型粘着剤組成物において、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の含有割合としては、アクリル系重合体（A）の重合の際に硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）を用いる場合、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の使用量（含有割合）は、通常、前記アクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して0.1～5重量部（好ましくは0.5～5重量部、さらに好ましくは1～3重量部）程度の範囲から選択することができる。なお、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の使用量が少なすぎると、重合安定性が低下する。

#### 【0052】

一方、予め調製されたアクリル系重合体（A）のエマルション化の際に硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）を用いる場合、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の使用量（含有割合）は、通常、前記アクリル系重合体（A）100重量部に対して0.1～5重量部（好ましくは0.5～5重量部、さらに好ましくは1～3重量部）程度の範囲から選択することができる。なお、水分散型粘着剤組成物において、アクリル系重合体（A）の量と、アクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分の量とは、ほぼ同じである。従って、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）としては、アクリル系重合体（A）を重合する際に用いるか、予め調製されたアクリル系重合体（A）をエマルション化する際に用いるかにかかわらず、アクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して0.1～5重量部（好ましくは0.5～5重量部、さらに好ましくは1～3重量部）となる割合で用いることができる。

#### 【0053】

もちろん、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）は、アクリル系重合体（A）を重合する際に用い、且つ、前記重合により調製されたアクリル系重合体（A）をエマルション化する際に用いてもよい。この場合であっても、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）の使用量（含有割合）は、前記範囲から選択することができる。すなわち、硫黄原子含有アニオン系乳化剤（B）として、アクリル系重合体（A）を構成する全モノマー成分100重量部に対して0.1～5重量部を用い、その一部をアクリル系重合体（A）を重合する際に用い、残部を重合後に添加することができる。

## 【0054】

一方、親水性ポリマー（C）は、前記水分散型粘着剤組成物中の非揮発分（又は固形分）100重量部に対して0.5～15重量部（好ましくは1～13重量部、さらに好ましくは1.5～10重量部）の割合で用いることができる。

## 【0055】

なお、前記水分散型粘着剤組成物では、前記多官能モノマーに代えて（又は、多官能モノマーと共に）架橋剤を用いることもできる。なお、このような架橋剤は、アクリル系重合体（A）の重合後で且つ基材に塗工する前に添加して、粘着剤の凝集力を向上させることも可能である。架橋剤としては、通常アクリル系粘着剤で用いられる架橋剤を使用することができ、例えば、水溶性架橋剤や油溶性架橋剤のいずれであってもよい。架橋剤は単独で又は2種以上組み合わせて使用できる。具体的には、水溶性架橋剤としては、例えば、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテルなどのエポキシ系架橋剤、水分散型イソシアネート系架橋剤、オキサゾリン系架橋剤、アジリジン系架橋剤、親水化処理カルボジイミド系架橋剤、活性メチロール基や活性アルコキシメチル基を含有する架橋剤、金属キレート系架橋剤、メラミン樹脂系架橋剤、過酸化物系架橋剤などが挙げられる。油溶性架橋剤としては、例えば、N，N，N'，N'-テトラグリシジルーm-キシレンジアミンなどのエポキシ系架橋剤、ヘキサメチレンジイソシアネートなどのイソシアネート系架橋剤、油溶性カルボジイミド系架橋剤などが挙げられる。なお、架橋剤の使用量は、特に制限されず、一般的にアクリル系粘着剤で使用されている量でよい。

## 【0056】

水分散型粘着剤組成物には、必要に応じて、pHを調整するための塩基（アンモニア水など）や酸の他、粘着剤に通常使用される添加剤、例えば、剥離調整剤、粘着付与剤、可塑剤、軟化剤、充填剤、着色剤（顔料や染料など）、老化防止剤、界面活性剤などが配合されていてもよい。

## 【0057】

本発明の粘着テープ又はシートでは、基材の少なくとも片面に粘着剤層が形成されている。該粘着剤層の厚み（粘着剤層が多層構造の場合は、総厚み；乾燥後



の厚み) としては、特に制限されないが、 $1 \sim 300 \mu\text{m}$  程度の範囲から選択することができるが、通常、 $5 \sim 80 \mu\text{m}$  程度である。なお、粘着剤層が多層構造を有する場合は、最外面側の粘着剤層の厚みとしては、現実的に  $1 \mu\text{m}$  未満とすることは困難であるが、できるだけ薄い方が好ましく、例えば、 $1 \sim 5 \mu\text{m}$  (好ましくは  $1 \sim 3 \mu\text{m}$ ) 程度とすることがよい。最外面側の粘着剤層以外の粘着剤層の厚みとしては、特に制限されず、総厚み (多層構造の全粘着剤層の厚み) が前記に例示の粘着剤層の厚み (総厚み) となるように、適宜選択することができる。

#### 【0058】

粘着テープ又はシートは、基材を有する粘着テープ又はシートであることが好ましい。このような基材としては、例えば、ポリエチレンフィルム、ポリプロピレンフィルム、エチレン-プロピレン共重合体フィルム、ポリエステルフィルム、ポリイミドフィルム、ポリ塩化ビニルフィルム、ポリ酢酸ビニルフィルムなどのプラスチックフィルム；金属箔；多孔性基材などが挙げられる。本発明では、基材としては、多孔性基材を好適に用いることができる。多孔性基材としては、例えば、和紙、クラフト紙、クレープ紙などの紙系の多孔性基材；不織布や織り布などの布系の多孔性基材などが挙げられる。なかでも、粘着テープ又はシートがマスキングテープである場合は、基材として和紙を用いると、一方、両面粘着テープ又はシートである場合は、基材として不織布を用いると、結露面や湿潤面に対する初期着力向上に特に効果的である。

#### 【0059】

和紙としては、叩解された木材パルプ、あるいは該木材パルプに合成短繊維が混抄されたものを好適に用いることができる。前記合成短繊維における合成ポリマーとしては、例えば、ビニロン、ナイロン、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニルなどの各種合成ポリマーが挙げられる。

#### 【0060】

不織布としては、一般的な繊維と、パルプとを抄紙したものを好適に用いることができる。

#### 【0061】

前記多孔性基材における坪量は、特に制限されないが、例えば、 $5 \sim 200 \text{ g/m}^2$ 程度であってもよい。より具体的には、多孔性基材の坪量としては、多孔性基材が和紙の場合、通常  $20 \sim 100 \text{ g/m}^2$ （特に  $25 \sim 50 \text{ g/m}^2$ ）程度であり、また、不織布の場合、通常  $10 \sim 20 \text{ g/m}^2$ 程度である。

#### 【0062】

基材の厚みとしては、目的とする粘着テープ又はシートに応じて適宜選択することができ、例えば、 $5 \sim 300 \mu\text{m}$ 程度であってもよい。より具体的には、基材の厚みとしては、基材が和紙の場合、強度やコシなどの観点から、 $40 \sim 200 \mu\text{m}$ （特に  $50 \sim 100 \mu\text{m}$ ）が好ましく、また、不織布の場合、 $30 \sim 50 \mu\text{m}$ が一般的である。

#### 【0063】

なお、基材は単層および複層のいずれの形態を有していてもよい。

#### 【0064】

基材（特に多孔性基材）には、目的によって、含浸処理や目止め処理の他、剥離処理などの各種の公知乃至慣用の処理が施されていてもよい。

#### 【0065】

本発明の粘着テープ又はシートは、粘着テープ又はシートの種類に応じて、通常の粘着テープ又はシートの製造方法に従って製造することができる。例えば、基材を有し且つ粘着剤層が単層の粘着テープ又はシートの場合、上記基材に対して下塗り処理、バックサイズ処理や背面処理などの処理を行い、基材の少なくとも一方の面（片面又は両面）に上記水分散型粘着剤組成物を乾燥後の厚さ（総厚さ）が  $5 \sim 300 \mu\text{m}$ （好ましくは  $5 \sim 80 \mu\text{m}$ ）程度となるように直接塗工して乾燥することにより、またはセパレータ上に乾燥後の厚さ（総厚さ）が  $5 \sim 300 \mu\text{m}$ （好ましくは  $5 \sim 80 \mu\text{m}$ ）程度となるように塗工し乾燥した後、上記基材に転写することにより、粘着テープ又はシート（例えば、ロール状に巻回した粘着テープなど）を作製することができる。

#### 【0066】

なお、水分散型粘着剤組成物の塗工に際しては、慣用のコーター、例えば、グラビヤロールコーター、リバースロールコーター、キスロールコーター、ディッ

プロールコーター、バーコーター、ナイフコーター、スプレーコーターなどを用いることができる。

#### 【0 0 6 7】

本発明では、粘着剤保護のために粘着剤層上に剥離フィルムを積層しておくのが望ましい。また、剥離フィルムを利用しない場合は、基材の背面にシリコーン系剥離剤や長鎖アルキル系剥離剤などの剥離処理剤により背面処理を施していることが好ましい。

#### 【0 0 6 8】

このように、本発明の粘着テープ又はシートは、粘着剤層がアクリル系の水分散型粘着剤組成物により形成されているにもかかわらず、結露面や湿潤面に対する良好な初期粘着力を発現できる。また、剥離時に吸水膨潤により溶出した低分子量成分による汚染や、凝集力不足による糊残りは抑制又は防止されている。しかも、定荷重下で剥離するのに要する力も大きく、優れた定荷重剥離防止性を有している。

#### 【0 0 6 9】

さらには、水系のアクリル系粘着剤を用いているので、安全性や環境衛生上などの点で望ましい。しかも、アクリル系粘着剤本来の粘着性は、ほとんど又は全く損なわれておらず、アクリル系粘着剤本来の優れた粘着性を発揮することができる。

#### 【0 0 7 0】

##### 【発明の効果】

本発明の粘着テープ又はシートによれば、結露面や湿潤面に対する良好な初期粘着力を発現でき、しかも、定荷重下での剥離防止性が良好である。

#### 【0 0 7 1】

##### 【実施例】

以下に、実施例に基づいて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。なお、部は重量部を意味する。

(アクリル系粘着剤の調製例 1)

温度計、攪拌機、窒素導入管及び還流冷却管を備えた反応容器に、水 5 0 部を

仕込み、攪拌しながら、室温（25℃）で1時間窒素置換させた。その後、過硫酸カリウム0.3部仕込み、さらに、アクリル酸2-エチルヘキシル9.2部、アクリル酸ブチル5部、アクリロニトリル2部、アクリル酸1部およびラウリル硫酸ナトリウム0.8部を水50部で乳化したモノマー乳化物を、70℃で3時間かけて滴下し、その後、75℃で2時間熟成して重合反応を終了させた。その後、室温まで冷却し、ラウリル硫酸ナトリウム2.2部を添加し、さらに、10重量%のアンモニア水で中和することにより、粘着剤（「粘着剤A」と称する場合がある）を調製した。

#### 【0072】

（アクリル系粘着剤の調製例2）

重合反応後の後添加のラウリル硫酸ナトリウム2.2部を添加しなかったこと以外は前記アクリル系粘着剤の調製例1と同様にして、粘着剤（「粘着剤B」と称する場合がある）を調製した。

#### 【0073】

（アクリル系粘着剤の調製例3）

モノマー乳化物を調製する際のラウリル硫酸ナトリウムの量を、0.8部に代えて2部とし、且つ、重合反応後の後添加のラウリル硫酸ナトリウム2.2部を添加しなかったこと以外は前記アクリル系粘着剤の調製例1と同様にして、粘着剤（「粘着剤C」と称する場合がある）を調製した。

#### 【0074】

（アクリル系粘着剤の調製例4）

温度計、攪拌機、窒素導入管及び還流冷却管を備えた反応容器に、アクリル酸2-エチルヘキシル4.6部、アクリル酸ブチル2.5部、アクリロニトリル1部、アクリル酸0.5部およびラウリル硫酸ナトリウム2部を水7.5部で乳化したもの（モノマー乳化物）を仕込み、攪拌しながら、室温（25℃）で1時間窒素置換させた。その後、これに2,2'-アゾビス（N,N'-ジメチレンイソブチルアミジン）ジヒドロクロライド（重合開始剤）を0.025部加え、温度を50℃にして3時間重合した（1段目の重合）。その後、過硫酸カリウム0.1部をさらに仕込み、アクリル酸2-エチルヘキシル4.6部、アクリル酸ブチル2

、5部、アクリロニトリル1部、アクリル酸0.5部およびラウリル硫酸ナトリウム1部を水25部で乳化したもの（モノマー乳化物）を、70℃で3時間かけて滴下しながら、重合した（2段目の重合）。さらに、75℃で2時間熟成した後、室温まで冷却し、10重量%のアンモニア水で中和することにより、粘着剤（「粘着剤D」と称する場合がある）を調製した。

#### 【0075】

（アクリル系粘着剤の調製例5）

重合反応後の後添加のラウリル硫酸ナトリウムの量を、2.2部に代えて3.2部としたこと以外は前記アクリル系粘着剤の調製例1と同様にして、粘着剤（「粘着剤E」と称する場合がある）を調製した。

#### 【0076】

（実施例1）

粘着剤Aの非揮発分100重量部に対して、ポリエチレングリコール（重量平均分子量1000）10部と、油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.3部とを添加して水分散型粘着剤組成物を調製し、これを、坪量30g/m<sup>2</sup>の和紙（基材）の片面に、乾燥後の厚さが25μmとなるように塗布し、乾燥させて、和紙の片面に粘着剤層を形成した（「粘着テープA」と称する場合がある）。

また、粘着剤Bの非揮発分100重量部に対して油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.3部を添加して粘着剤組成物を調製し、これを、厚さ60μmのポリエチレンフィルムの片面に、乾燥後の厚さが2μmとなるように塗布し、乾燥させ、さらにこれを、前記粘着テープAの粘着剤層の面に貼り合わせて、粘着テープを得た。

#### 【0077】

（実施例2）

粘着剤Aの非揮発分100重量部に対して、ポリエチレングリコール（重量平均分子量1000）2部と、油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.3部とを添加して水分散型粘着剤組成物を調製し、これを、坪量30g/m<sup>2</sup>の和紙（基材）の片面に、乾燥後の厚さが25μmとなる

ように塗布し、乾燥させて、和紙の片面に粘着剤層を形成した（「粘着テープB」と称する場合がある）。

また、粘着剤Cの非揮発分100重量部に対して油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.3部を添加して粘着剤組成物を調製し、これを、厚さ60 $\mu$ mのポリエチレンフィルムの片面に、乾燥後の厚さが2 $\mu$ mとなるように塗布し、乾燥させ、さらにこれを、前記粘着テープBの粘着剤層の面に貼り合わせて、粘着テープを得た。

#### 【0078】

##### （実施例3）

粘着剤Dの非揮発分100重量部に対して、ポリエチレングリコール（重量平均分子量50万）2部と、油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.2部とを添加して水分散型粘着剤組成物を調製し、これを、坪量30g/m<sup>3</sup>の和紙（基材）の片面に、乾燥後の厚さが27 $\mu$ mとなるように塗布し、乾燥させて、粘着テープを得た。

#### 【0079】

##### （比較例1）

粘着剤Aの非揮発分100重量部に対して、油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.3部を添加して水分散型粘着剤組成物を調製し、これを、坪量30g/m<sup>3</sup>の和紙（基材）の片面に、乾燥後の厚さが27 $\mu$ mとなるように塗布し、乾燥させて、粘着テープを得た。

#### 【0080】

##### （比較例2）

粘着剤Eの非揮発分100重量部に対して、油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッドC」三菱瓦斯化学社製）0.3部を添加して水分散型粘着剤組成物を調製し、これを、厚さ60 $\mu$ mのポリエチレンフィルムの片面に、乾燥後の厚さが2 $\mu$ mとなるように塗布し、乾燥させ、さらにこれを、前記実施例2の粘着テープBの粘着剤層の面に貼り合わせて、粘着テープを得た。

#### 【0081】

##### （比較例3）

粘着剤 D の揮発分 1 0 0 重量部に対して、油溶性エポキシ系架橋剤（商品名「テトラッド C」三菱瓦斯化学社製）0. 2 部を添加して水分散型粘着剤組成物を調製し、これを、坪量  $30 \text{ g/m}^2$  の和紙（基材）の片面に、乾燥後の厚さが  $27 \mu\text{m}$  となるように塗布し、乾燥させて、粘着テープを得た。

#### 【0082】

（評価方法）

実施例 1 ～ 3、比較例 1 ～ 3 により得られた粘着テープについて、下記の測定方法により、ガラスの結露面又は湿潤面に対する粘着力、定荷重下での剥離速度、表面の硫黄元素比率を測定した。測定又は評価結果は、表 1 に示した。

#### 【0083】

なお、いずれの測定方法においても、粘着テープとして、ポリエチレンフィルムを貼り合わせたものについては、ポリエチレンフィルムを剥がして測定を行った。

#### 【0084】

（湿潤面粘着力の測定方法）

被着体としてのガラスを、 $23^\circ\text{C} \times 65\% \text{RH}$  の恒温恒湿の室内に設置されている設定温度  $0^\circ\text{C}$  のボックス内に 1 時間保管し、その後、ガラスをボックスより取り出し（このとき、ガラス表面は結露状態又は湿潤状態となっている）、10 秒後、18 mm 幅に切断した粘着テープ（実施例 1 ～ 3 及び比較例 1 ～ 3 により得られた各粘着テープ）を、2 kg のローラーで 1 往復して貼り合わせ、貼り合わせ 10 秒後に、剥離速度  $300 \text{ mm/min}$  にて  $180^\circ$  剥離させて、ガラスの結露面又は湿潤面に対する粘着力（「湿潤面粘着力」と称する場合がある）（ $\text{N}/18 \text{ mm}$  幅）を測定した。

#### 【0085】

（定荷重剥離速度の測定方法）

アクリル板に、18 mm 幅に切断した粘着テープ（実施例 1 ～ 3 及び比較例 1 ～ 3 により得られた各粘着テープ）を、500 g のローラーで 1 往復して貼り合わせ、30 分後、粘着テープの端末に 30 g の荷重をかけ、 $90^\circ$  剥離となるように、アクリル板に固定した。 $23^\circ\text{C}$  の雰囲気下、1 時間当たりの剥離距離を測

定し、定荷重下での剥離速度 (cm/hr) を求めた。

# 【0086】

(表面の硫黄元素比率の測定方法)

実施例 1～3 及び比較例 1～3 により得られた各粘着テープの粘着剤層表面について、アルバックファイ社製の ESCA 装置「model 5400」を用いて、X線源: MgK $\alpha$  (300W、15kV)、光電子取出し角: 45°、分析面積が 1.1mm $\phi$  の条件で、ワイドスキャン測定により、定性分析を行い、検出された元素についてナロースキャン測定を行って、各粘着テープの粘着剤層表面部における硫黄元素比率 (atomic%) を求めた。

# 【0087】

【表 1】

表 1

	実 施 例			比 較 例		
	1	2	3	1	2	3
ラウリル硫酸ナトリウムの割合 (重量部)						
内部	3	3	3	3	3	3
表面部	0.8	2			4	
ポリエチレングリコール				なし		なし
重量平均分子量	1000	1000	50 万		1000	
割合 (重量部)	10	2	2		2	
表面の硫黄元素比率 (atomic%)	0.2	0.6	0.7	1.1	1.5	1.2
湿潤面粘着力 (N/18mm 幅)	0.4	0.2	0.6	0.02	0.03	0.02
定荷重下での剥離速度 (cm/hr)	0.8	1.5	1.5	30	40	30

・粘着剤層内部におけるラウリル硫酸ナトリウムの割合は、粘着剤層内部におけるアクリル系重合体の全モノマー成分 100 重量部に対する割合 (重量部) である。

・粘着剤層表面部におけるラウリル硫酸ナトリウムの割合は、粘着剤層表面部におけるアクリル系重合体の全モノマー成分 100 重量部に対する割合 (重量部) である。

・粘着剤層内部及び表面部におけるラウリル硫酸ナトリウムの割合は、粘着剤層内部及び表面部におけるアクリル系重合体の全モノマー成分 100 重量部に対する割合 (重量部) である。

・ポリエチレングリコールの割合は、水分散型粘着剤組成物の固形分 100 重量部に対する割合である。

# 【0088】

表 1 より明らかなように、実施例 1～3 に係る粘着テープは、比較例 1～3 に



かかる粘着テープよりも、いずれもガラスの結露面又は湿潤面に対する粘着力が優れており、良好な湿潤面に対する粘着力を有していることが確認された。また、定荷重下での剥離防止性も良好である。

【 0 0 8 9 】

これは、実施例では、乳化剤として、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤が用いられており、且つ、該硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤としてのラウリル硫酸ナトリウムの割合が、粘着剤層表面部で適度であり（しかも、粘着剤層全体でも適度であり）、さらにまた、親水性ポリマーとしてのポリエチレングリコールを適度な割合で含有しているためである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 結露面や湿潤面に対する良好な初期粘着力を発現でき、しかも、定荷重下での剥離防止性が良好な粘着テープ又はシートを得る。

【解決手段】 粘着テープ又はシートは、基材の少なくとも片面に粘着剤層を有し、前記粘着剤層全体が、(メタ)アクリル酸C<sub>4-12</sub>アルキルエステルをモノマー主成分とするアクリル系重合体(A)をベースポリマーとして含有する水分散型粘着剤組成物により形成され、且つ、粘着剤層の外面から内部に3 nmの範囲の粘着剤層表面部において、硫黄原子を含有するアニオン系乳化剤(B)を、該粘着剤層表面部を形成しているアクリル系重合体(A)を構成する全モノマー成分100重量部に対して0.1～3重量部の割合で含有し、且つ前記水分散型粘着剤組成物中の非揮発分100重量部に対して、親水性ポリマー(C)を0.5～15重量部の割合で含有していることを特徴とする。

【選択図】 なし

【書類名】 手続補正書  
【整理番号】 P02ND063  
【提出日】 平成15年 2月 4日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【事件の表示】  
    【出願番号】 特願2002-324967  
【補正をする者】  
    【識別番号】 000003964  
    【氏名又は名称】 日東電工株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100101362  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 後藤 幸久

## 【手続補正 1】

【補正対象書類名】 特許願

【補正対象項目名】 発明者

【補正方法】 変更

## 【補正の内容】

## 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府茨木市下穂積一丁目一番 2 号 日東電工株式会社  
内

【氏名】 戸崎 裕

## 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府茨木市下穂積一丁目一番 2 号 日東電工株式会社  
内

【氏名】 長津 秀樹

## 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府茨木市下穂積一丁目一番 2 号 日東電工株式会社  
内

【氏名】 河野 真一

【その他】 誤記の理由は、全発明者について、住所を「大阪府茨木市下穂積一丁目一番 2 号 日東電工株式会社内」と記載すべきところ、「大阪府茨木市穂積一丁目一番 2 号 日東電工株式会社内」と記載したためです。

【プルーフの要否】 要

特願 2 0 0 2 - 3 2 4 9 6 7

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 3 9 6 4 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 1 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号

氏 名

日東電工株式会社